

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



Procédé de fabrication de pièces en acier allié et pièces obtenues par ce procédé.
Société anonyme dite : SOCIÉTÉ DES FORGES ET ATELIERS DU CREUSOT résidant en France (Seine).

Demandé le 28 mai 1957, à 14^h 27^m, à Paris.

Délivré le 1^{er} décembre 1958. — Publié le 20 avril 1959.

(Brevet d'invention dont la délivrance a été ajournée en exécution de l'article 11, § 7, de la loi du 5 juillet 1844 modifiée par la loi du 7 avril 1902.)

L'invention concerne la fabrication de pièces en acier allié, et a plus particulièrement pour but la fabrication de pièces à caractéristiques mécaniques élevées devant résister à la fissuration par corrosion sous tension en milieu humide en présence d'acide sulfhydrique.

Au cours des sondages dans les champs de pétrole et de gaz naturels par exemple, les tubes utilisés peuvent se trouver au contact d'un milieu humide et chaud chargé en acide sulfhydrique sous pression. En outre, les pièces en acier des installations de traitement des produits pétroliers ou des gaz naturels peuvent être au contact d'un milieu liquide ou gazeux pratiquement saturé en acide sulfhydrique sous pression à des températures le plus souvent supérieures à la température ambiante.

Ces conditions sont très défavorables pour les aciers et l'on voit apparaître dans un délai plus ou moins long des fissurations dues à la superposition de contraintes mécaniques et à la fragilisation provoquée par l'hydrogène provenant de la corrosion par l'acide sulfhydrique.

Il a été constaté que les fissurations provenaient la plupart du temps d'une structure du métal insuffisamment stable, comprenant notamment de la martensite incomplètement revenue ou de l'austénite résiduelle dispersée dans la masse.

En outre, spécialement pour les applications au sondage dans les champs de pétrole, il est indispensable d'obtenir pour les aciers des caractéristiques mécaniques suffisamment élevées.

Pour résister à la fissuration, il a été essayé des aciers qui, jusqu'à présent, se sont révélés délicats à mettre en œuvre et plus particulièrement à traiter. Par ailleurs, l'obtention de caractéristiques mécaniques élevées reste difficile.

L'invention permet d'obtenir un acier ayant des caractéristiques mécaniques satisfaisantes et résistant parfaitement à la fissuration en présence d'acide sulfhydrique même sous pression, et à des

températures supérieures à la température ambiante.

Il a été constaté qu'il était possible d'employer un acier du type chrome-molybdène-vanadium jusqu'à présent réservé à d'autres domaines, à condition de mettre en œuvre un traitement spécialement choisi pour les conditions d'utilisation qui viennent d'être précisées.

Selon l'invention, le procédé comprend l'utilisation d'un acier ayant en poids la composition suivante :

- C %, de 0,10 à 0,25;
- Si %, de 0,10 à 0,50;
- Mn %, de 0,30 à 1,0;
- Cr %, de 1 à 14;
- Mo %, de 0,4 à 1,5;
- V %, de 0,10 à 0,60;
- Ni %, de 0 à 1,

et le traitement thermique en deux stades de cet acier, le premier stade consiste en une austénisation à une température de 975 à 1 100 °C, suivie d'un refroidissement (trempe) à une vitesse moyenne au moins égale à 30 °C par minute entre 350 et 600 °C, et le second stade consiste en un revenu à une température de 725 à 800 °C pour obtenir des pièces ayant une limite élastique comprise entre 55 et 65 kg/mm².

Suivant l'invention, on utilise ainsi un acier trempant pouvant supporter un revenu à haute température tout en conservant des caractéristiques mécaniques élevées et en prenant une structure thermodynamiquement stable nécessaire à la résistance à la corrosion sous tension.

L'invention sera maintenant décrite avec plus de détails en se référant à des exemples particuliers.

Exemple 1. — Des éprouvettes ont été réalisées en un acier ayant en poids la composition suivante :

- C %, 0,17;
- Si %, 0,30;
- Mn %, 0,50;

Cr %, 2,5;
Mo %, 1;
V %, 0,25;
Ni %, 0,2.

Cet acier est destiné à être au contact d'une solution saturée d'acide sulfhydrique.

Il a subi le traitement suivant :

Premier stade du traitement : austénisation à une température de 980 °C pendant une heure, suivie d'un refroidissement à l'air (trempe);

Deuxième stade du traitement : revenu à une température de 750 °C pendant une heure.

Les caractéristiques mécaniques obtenues sont les suivantes :

Limite élastique $E = 62 \text{ kg/mm}^2$;

Résistance $R = 72 \text{ kg/mm}^2$;

Allongement $A = 24 \%$ (longueur utile de l'éprouvette égale à quatre fois le diamètre).

La structure de l'acier ainsi traité est constituée de carbures globulés finement et régulièrement répartis sur un fond de ferrite ne comportant pas de plages de ferrite libre. Cette structure est bien mise en évidence par attaque par une solution d'acide picrique dans l'alcool.

L'acier ainsi traité a été essayé au contact d'une solution saturée d'acide sulfhydrique contenant 0,5 % en volume d'acide acétique, ce dernier ayant pour but d'accélérer et d'aggraver la corrosion. Le métal avait été mis en flexion circulaire, la contrainte maximum étant légèrement supérieure à la limite élastique du métal en flexion. Aucune fissuration n'a été constatée après trois mille heures de ce traitement.

Par contre, pour des températures de revenu inférieures à 725 °C ou pour des temps de revenu trop courts conférant au métal une limite élastique supérieure à 65 kg/mm², on obtient des ruptures en moins de cinq cents heures.

Exemple 2. — Des tubes ont été réalisés en un acier ayant la composition suivante :

C %, 0,14;
Si %, 0,14;
Mn %, 0,45;
Cr %, 2,49;
Mo %, 0,90;
V %, 0,22.

Ces tubes sont destinés à l'exploitation de puits de pétrole dont les gaz renferment une proportion en volume de 15 à 20 % d'acide sulfhydrique.

Les tubes ont suivi le traitement suivant :

Premier stade du traitement : austénisation à une température de 1 000 °C pendant une durée de quatre minutes dans un four à passage. Le refroidissement a été effectué à l'eau;

Deuxième stade du traitement : revenu à une température de 750 °C pendant une heure.

Les caractéristiques mécaniques obtenues sont les suivantes :

Limite élastique $E = 60 \text{ kg/mm}^2$;

Résistance $R = 69 \text{ kg/mm}^2$;

Allongement $A = 25 \%$ (les éprouvettes faites avec l'acier des tubes avaient une longueur utile égale à quatre fois le diamètre).

La structure de l'acier est analogue à celle indiquée pour l'exemple 1.

Des éprouvettes réalisées avec le métal des tubes du présent exemple et ayant subi le même traitement, ont été soumises à l'essai décrit dans l'exemple 1 et aucune fissuration n'a été constatée après trois mille heures.

Exemple 3. — Des éprouvettes ont été réalisées en un acier ayant en poids la composition suivante :

C %, 0,20;

Si %, 0,23;

Mn %, 0,52;

Cr %, 11,5;

Mo %, 1,10;

V %, 0,30;

Ni %, 0,40.

Cet acier est destiné à être au contact d'une solution saturée d'acide sulfhydrique.

La teneur élevée en chrome de cet acier est destinée à améliorer sa résistance à la corrosion généralisée, c'est-à-dire à diminuer la perte d'épaisseur des pièces en service.

L'acier a subi le traitement suivant :

Premier stade du traitement : austénisation à une température de 1 000 °C pendant quinze minutes, suivie d'un refroidissement à l'air;

Deuxième stade du traitement : revenu à une température de 775 °C pendant une heure.

Les caractéristiques mécaniques obtenues sont les suivantes :

Limite élastique $E = 61 \text{ kg/mm}^2$;

Résistance $R = 82 \text{ kg/mm}^2$;

Allongement $A = 25 \%$ (longueur utile de l'éprouvette égale à quatre fois le diamètre).

La structure de l'acier est analogue à celle indiquée pour l'exemple 1.

L'acier ainsi traité a été essayé comme prévu à l'exemple 1 et aucune fissuration n'a été constatée après trois mille heures.

Il doit être entendu que les exemples qui viennent d'être donnés avaient pour but de préciser des cas particuliers de mise en œuvre de l'invention. Les températures et temps de traitement qui y ont été indiqués peuvent toutefois varier.

En ce qui concerne la température d'austénisation, elle ne doit varier que de 975 à 1 100 °C. De son côté, la température de revenu ne doit varier que de 725 à 800 °C.

Le choix des températures à utiliser de préférence entre ces limites, ainsi que les temps de revenu, doivent tenir compte de la limite élastique à obtenir qui se situe entre 55 et 65 kg/mm².

Enfin, dans les exemples précédents, il a été indi-

qué que le refroidissement était fait soit à l'air (exemple 1 et 3), soit à l'eau (exemple 2). Le choix du moyen de refroidissement dépend évidemment de la forme et de l'épaisseur des pièces, car le refroidissement doit être suffisamment rapide pour assurer la trempe de l'acier.

RÉSUMÉ

L'invention a pour objet :

1° Un procédé de fabrication de pièces en acier allié, devant résister à la fissuration par corrosion sous tension en milieu humide, chargé en acide sulfhydrique, éventuellement sous pression, et éventuellement à température supérieure à la température ambiante, caractérisé par les points suivants considérés isolément ou en combinaison :

a. Le procédé comprend l'utilisation d'un acier ayant en poids la composition suivante : C %, de 0,10 à 0,25; Si %, de 0,10 à 0,50; Mn %, de 0,30 à 1,0; Cr %, de 1 à 14; Mo %, de 0,4 à 1,5; V %, de 0,10 à 0,60 et Ni %, de 0 à 1, et le traitement thermique en deux stades de cet acier, le premier stade consiste en une austénisation à une température de 975 à 1 100 °C suivie d'un refroidissement à une vitesse au moins égale à 30 °C par minute entre 850 et 600 °C, et le second stade consiste en un revenu à une température de 725 à 800 °C,

pour obtenir des pièces ayant une limite élastique comprise entre 55 et 65 kg/mm²;

b. L'acier utilisé a en poids la composition suivante : C %, 0,17; Si %, 0,30; Mn %, 0,50; Cr %, 2,5; Mo %, 1; V %, 0,25; Ni %, 0,2;

c. L'acier utilisé a en poids la composition suivante : C %, 0,14; Si %, 0,14; Mn %, 0,45; Cr %, 2,49; Mo %, 0,90; V %, 0,22;

d. L'acier utilisé a en poids la composition suivante : C %, 0,20; Si %, 0,30; Mn %, 0,60; Cr %, 11,5; Mo %, 1,10; V %, 0,35; Ni %, 0,40;

e. Le premier stade du traitement thermique consiste en une austénisation à une température de 980 à 1 000 °C pendant environ une heure, suivie d'un refroidissement;

f. Le premier stade du traitement thermique, plus spécialement pour le cas de tubes, consiste en une austénisation à une température de 1 000 à 1 050 °C pendant une durée de une à cinq minutes;

g. Le second stade du traitement thermique consiste en un revenu à une température d'environ 750 °C pendant environ une heure.

2° A titre de produits industriels nouveaux, les pièces et en particulier les tubes obtenus par le procédé selon 1°.

Société anonyme dite :

SOCIÉTÉ DES FORGES ET ATELIERS DU CREUSOT.